

# Caractérisation rhéologique et tribologique d'un matériau viscoplastique à l'aide d'un essai de back-extrusion

A. Perrot, C. Lanos, P. Estellé et Y. Mélinge

INSA de Rennes - IUT de Rennes, LGCGM Equipe Matériaux et Thermique de l'Habitat,  
20 avenue des buttes de Coesmes, CS 14315, 35043 RENNES Cedex

Reçu le 30 juin 2005 - Version finale acceptée le 4 janvier 2006

**Résumé :** Une nouvelle méthode d'analyse rhéologique et tribologique est développée en exploitant l'écoulement de back-extrusion. L'utilisation des courbes "effort d'extrusion en fonction du déplacement du cylindre intérieur" permet d'identifier les caractéristiques rhéologiques et tribologiques du fluide testé à partir des résultats de tests réalisés avec différentes vitesses de pénétration du cylindre intérieur et différentes configurations géométriques. Dans le cadre de l'étude de fluides complexes incompressibles, tels que les fluides d'Herschell-Bulkley frottant, la méthode aboutit à la construction d'un rhéogramme équivalent tracé à partir d'essais caractérisés par différents taux de déformation moyens. Le comportement tribologique peut être identifié en modifiant les conditions de frottement à la paroi en variant la rugosité des surfaces. La méthode est appliquée aux cas de suspensions concentrées huile/sucre et plasticine. Les comportements rhéologiques et tribologiques sont identifiés et comparés aux résultats obtenus avec la rhéométrie traditionnelle.

**Mots-clé :** Rhéologie, Tribologie, Fluides à seuil, Back-extrusion, Courbes d'écoulement

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

Le principe de l'essai de back-extrusion, schématisé sur la Figure 1, s'inspire de l'essai pénétrométrique : un fluide quelconque, contenu dans un cylindre extérieur de diamètre intérieur  $2b$ , présente une surface libre. Il est sollicité au moyen d'un cylindre intérieur mobile, de diamètre  $2a$ , en translation par rapport à l'axe du cylindre extérieur. Afin de générer un écoulement axisymétrique, il faut s'assurer de la coaxialité des cylindres. Le cylindre intérieur avance à vitesse constante  $U$  et induit un écoulement du fluide dans l'entrefer défini par les surfaces latérales des deux cylindres. Les propriétés de cet écoulement sont étudiées dans le cadre de ce travail. Lors des essais, on s'assure que la distance entre le bas du cylindre intérieur et le fond du cylindre extérieur est suffisante pour éviter toute variation de l'effet de fond. De façon pratique, au cours d'un essai, l'effort nécessaire à l'enfoncement et le déplacement du cylindre intérieur sont enregistrés.

La configuration de back-extrusion est très utilisée dans les industries agro-alimentaires et pharmaceutiques et s'avère être un essai rapide et très peu coûteux pour la caractérisation du comportement des fluides complexes.

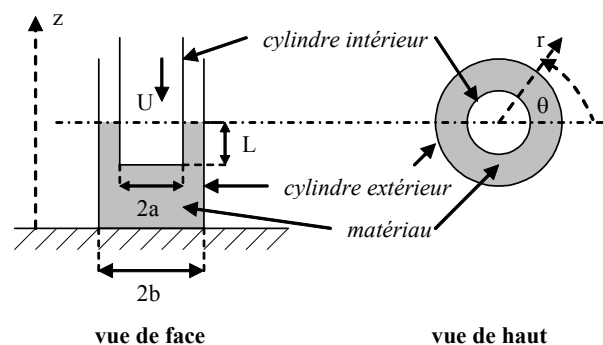


Figure 1. Géométrie de l'essai de back-extrusion et définition des paramètres géométriques

L'utilisation de ce test dans l'agro-alimentaire sert à estimer qualitativement la capacité du fluide à s'écouler [1-2]. Toutefois, dans ces références, seules des grandeurs non intrinsèques des matériaux sont comparées (pics de force, énergie nécessaire à l'écoulement) pour caractériser l'écoulement du fluide. D'autres auteurs ont modélisé l'écoulement d'un fluide à seuil, de type Bingham ou Herschell-Bulkley, pour relier l'effort enregistré lors de l'essai aux paramètres caractéristiques intrinsèques du comportement du fluide. Ainsi, Osorio et Steffe [3] ont mis en œuvre un protocole pour déterminer les

caractéristiques d'un fluide d'Herschell-Bulkley en écoulement adhérent aux parois. Cette méthode est reprise par Gurjal et Sodhi [4] pour examiner le comportement de bouillie de blé. Picart [5] a, quant à lui, modélisé le comportement d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent pour caractériser le comportement de matériaux granulaires explosifs. Dans ce dernier cas, l'identification des valeurs des paramètres du comportement rhéologique devient accessible.

L'objectif de notre travail est d'évaluer la capacité du test de back-extrusion à identifier les comportements rhéologique et tribologique de fluides viscoplastiques. Dans notre méthode, nous exploitons la formulation analytique de l'écoulement dans l'entrefer d'un fluide de Bingham, couplé à une condition de glissement avec frottement de type Navier aux parois. Ce choix de modélisation permet d'envisager différents comportements à la paroi : adhérence parfaite, glissement parfait et glissement avec frottement.

Nous proposons d'exploiter les données d'un tel test pour identifier, tout d'abord, les valeurs des paramètres caractéristiques d'un modèle de comportement choisi. L'exploitation de multiples essais doit pouvoir aboutir au tracé point par point d'une courbe d'écoulement. Les écoulements de suspensions huile/sucre et de plasticine viennent illustrer la méthode de traitement des données.

## 2. Modélisation

Cette étude s'applique aux matériaux plastiques et viscoplastiques, homogènes ou hétérogènes, pouvant présenter différents types de comportements tribologiques : glissement parfait, glissement avec frottement ou adhérence. Lors d'un test de back-extrusion, les matériaux ne sont pas soumis à de fortes pressions. Nous les considérerons donc comme incompressibles. Les effets d'élasticité sont négligés. L'équilibre mécanique de l'écoulement est abordé via l'écriture locale des équations de conservation de la masse, de la quantité de mouvement et de l'énergie.

### 2.1 Equilibre local et global

La géométrie de l'essai étant axisymétrique, le choix d'un repère en coordonnées cylindriques notées  $(r, \theta, z)$  s'impose. Du fait de la géométrie et de l'axisymétrie, seule la composante axiale  $V_z(r, z)$  est non nulle dans la zone annulaire située entre les cylindres intérieurs et extérieurs (elle est ensuite notée  $V(z)$ ). Picart [5], se référant aux travaux de Bikerman [6], définit le profil des contraintes  $\tau(r)$  en écrivant l'équilibre des contraintes sur un élément

toroïdal de matière. Contrairement à ces auteurs, nous choisissons de prendre en compte l'effet du poids propre du matériau étudié, qui ne peut pas être considéré comme négligeable dans le cas de fluides présentant un seuil inférieur à 1 kPa. La géométrie de l'écoulement dans l'entrefer impose une pression indépendante de  $r$  et une évolution linéaire du gradient de pression avec  $z$ .

$$\frac{d(r\tau)}{dr} = -\psi r \quad \text{avec} \quad \psi = -\frac{dp}{dz} + \rho g \quad (1)$$

où  $p = p(z)$ ,  $\tau = \tau(r)$ ,  $\psi$  et  $\rho$  sont respectivement la pression, la contrainte de cisaillement, une constante et la masse volumique du matériau. L'intégration le long de  $r$  de l'équation (1) donne le profil des contraintes dans l'entrefer. L'équation (2), toujours licite, est indépendante du matériau, de la géométrie et de la vitesse du cylindre intérieur :

$$\tau(r) = -\frac{r}{2}\psi + \frac{C}{r}, \quad C = \text{constante} \quad (2)$$

L'analyse de l'effort de pénétration  $F$  du cylindre intérieur dans la matière doit permettre d'estimer les paramètres de modélisation du comportement du fluide. Picart [5] donne l'expression de l'effort de pénétration en réalisant l'équilibre statique des efforts agissant sur le cylindre intérieur :

$$F = \frac{\Pi}{U} + 2\pi C L \quad (3)$$

où  $L$  est la hauteur immergée du cylindre et  $\Pi$  la puissance dissipée dans le matériau sous le cylindre intérieur. Pour  $L$ , on ne prend pas en compte la déformation de la surface libre due au cisaillement car l'on considère que la déformation surfacique induite par le cisaillement reste négligeable devant le déplacement du cylindre intérieur.  $\Pi$  ne peut être explicité que si l'on connaît le champ de vitesse sous le cylindre intérieur. Celui-ci étant complexe, nous ne cherchons pas à l'identifier. Cependant, l'hypothèse selon laquelle le champ de vitesses dans la zone annulaire étudiée reste constant durant l'essai et dépend uniquement de la géométrie d'essai permet de s'affranchir de ce paramètre. Pour ce faire, nous exploitons la dérivée de  $F$  [5] :

$$\frac{\partial F}{\partial L} = 2\pi C \quad (4)$$

Une fois le régime permanent atteint, l'évolution de  $F$  avec  $L$  reste linéaire. Notons que les effets de fond restent constants jusqu'à des hauteurs de matériaux restantes sous le cylindre intérieur de l'ordre du diamètre du cylindre intérieur [5].

## 2.2 Comportement rhéologique sélectionné

Le choix du modèle de comportement rhéologique associé au matériau s'est orienté vers un fluide viscoplastique de type Bingham. Ce modèle à deux paramètres,  $\eta$  et  $\tau_0$ , respectivement la viscosité plastique et le seuil d'écoulement du matériau, est le plus simple pour modéliser un comportement viscoplastique.

De plus, cette modélisation se montre particulièrement adaptée à l'étude de certaines compositions de pâtes cimentaires et de mortiers [7] ou de mélanges kaolin-glycérine. Dans le cas d'un matériau de Bingham adhérent à la paroi, Picart [5] a développé une méthode directe de détermination des paramètres de comportement du matériau. Le présent travail reprend ces travaux, mais a pour but de l'étendre aux matériaux aux comportements plus complexes, tels que les fluides d'Herschell-Bulkley ou de Casson. Dans des conditions d'essais données, les paramètres de modélisation  $\eta$  et  $\tau_0$  sont tout d'abord estimés en utilisant une méthode inverse, puis un taux de déformation moyen apparent est calculé. Finalement, pour un essai, un point de la courbe d'écoulement associée au fluide testé est déduit. Cette façon de travailler présente de fortes similitudes avec celle de Estellé et al. [8] pour le traitement des tests de compression simple.

Ce type de comportement induit trois typologies d'écoulements possibles :

- cas (a) : le seuil d'écoulement n'est atteint en aucun point du fluide. Le fluide n'est pas cisailé, mais peut glisser aux parois. L'écoulement est alors défini comme "écoulement bouchon".
- cas (b) : le fluide est cisailé au droit de la surface du cylindre intérieur uniquement.
- cas (c) : le fluide est cisailé aux deux parois (cylindre intérieur et cylindre extérieur).

Les cas (a) et (c) sont présentés dans ce texte, le cas (b) étant un cas particulier d'écoulement cisailé (c).

## 2.3 Comportement tribologique sélectionné

L'écoulement adhérent est une hypothèse pratique qui permet aux auteurs de modéliser simplement l'écoulement dans l'entrefer. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire d'introduire de loi tribologique. En présence de suspensions concentrées, la propriété d'adhérence n'est pas toujours respectée et l'on peut être amené à utiliser des éléments de surface striés afin de résoudre le problème de glissement à la paroi (Fig. 2). Ce procédé est couramment utilisé pour des tests de compression simple, notamment par Roussel et Lanos [9]. Dans une telle configuration, il est important de noter que le matériau subit un

cisaillement interne à proximité de la paroi, ce qui est assimilé à une condition d'adhérence.

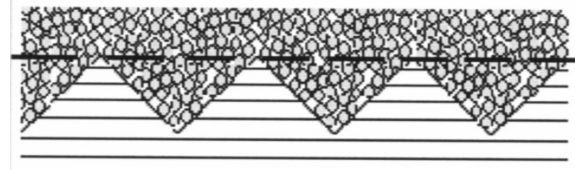


Figure 2. Adhérence d'un matériau au droit d'une paroi striée

En présence de certaines suspensions concentrées, le fait de changer la rugosité de la paroi du cylindre extérieur et du cylindre intérieur, en passant d'une paroi striée à lisse, provoque une chute de l'effort de pénétration du cylindre intérieur. Dans certains cas, l'hypothèse d'adhérence utilisée [3-5] peut alors être mise en défaut. Dans ces précédents travaux, présumer l'écoulement adhérent peut fausser l'estimation des paramètres de modélisation du comportement du matériau. Des tests réalisés sur plusieurs matériaux avec des géométries présentant des surfaces lisses rectifiées montrent que le matériau glisse à la paroi. La paroi lisse peut permettre le glissement du fluide, tout en laissant la possibilité à la création d'un cisaillement à l'intérieur du matériau, par frottement pariétal.

Pour modéliser le mouvement relatif entre le matériau et les parois, nous utilisons une loi simple de type Navier (Fig. 3). Ce modèle lie linéairement la vitesse de glissement et la contrainte de frottement à la paroi :

$$|\tau| = \beta |V_{\text{glissement}}| \quad (5)$$

Le paramètre  $\beta$  permet, selon sa valeur, de prendre en compte plusieurs comportements tribologiques :

- $\beta = 0$  correspond à un glissement parfait,
- $\beta \in ]0, +\infty[$  traduit un glissement avec frottement,
- $\beta \rightarrow +\infty$  exprime l'adhérence.

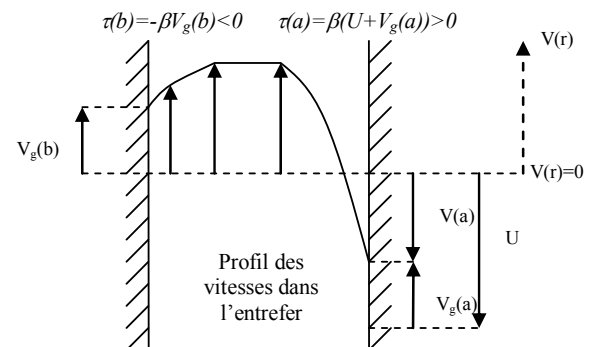


Figure 3. Conditions aux parois – relation vitesse de glissement/contrainte de frottement

La détermination inverse du coefficient  $\beta$  pour différents tests réalisés à différentes vitesses de pénétration du cylindre intérieur donne la possibilité de construire une courbe tribologique équivalente. La "philosophie" est la même que celle utilisée pour l'étude rhéologique. Les différentes valeurs de  $\beta$  obtenues pour différentes valeurs de vitesses de pénétration du cylindre intérieur permettent l'identification d'une loi tribologique qui décrit mieux le comportement du fluide aux interfaces. La forme de la loi tribologique ainsi identifiée pourrait être exploitée pour modifier le modèle afin d'aboutir à des champs de vitesse et de contrainte dans l'entrefer plus adaptés. Nous limiterons notre étude à la première étape du protocole.

### 3. Etude rhéologique du matériau

L'étude du comportement rhéologique est effectuée en réalisant des essais avec des parois striées. Dans cette configuration, les effets de glissement sont réduits et l'on considère l'écoulement comme adhérent aux parois. Dans ce cas, le coefficient  $\beta$  tend vers l'infini.

#### 3.1 Mesure du seuil de cisaillement $\tau_0$ par une méthode de relaxation [3]

Afin d'alléger le processus d'analyses des données de l'essai, le seuil de cisaillement du matériau est déterminé pour chaque essai "cisaillé" (cas (b) et (c)), en utilisant les propriétés de relaxation des matériaux viscoplastiques [3-4].

Le cylindre intérieur est stoppé en fin de course, sans autres sollicitations externes. La composante visqueuse de l'effort de pénétration se relaxe (Fig. 4).

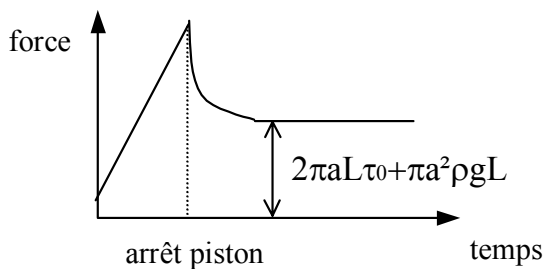


Figure 4. Relaxation et détermination du seuil

Après cette phase de relaxation, un palier d'effort est atteint dont l'expression est indépendante de tous les termes cinétiques :

$$F = 2\pi a L \tau_0 + \pi a^2 \rho g L \quad (6)$$

L'équation (6) permet d'estimer le seuil  $\tau_0$  dans le cas des écoulements adhérents. Les deux autres paramètres intrinsèques,  $\beta$  et  $\eta$ , restent à déterminer.

De plus, en présence d'écoulement bouchon (glissement avec frottement, cas (a)), cette technique de mesure permet d'évaluer l'éventuelle présence d'un seuil de friction.

Il convient de noter que, pour l'établissement de l'équation (6), on émet l'hypothèse d'une distribution hydrostatique de la pression. Cette hypothèse s'avère tout à fait convenable dans le cas d'un fluide viscoplastique présentant très peu d'effets viscoélastiques. Cependant, lorsque la composante élastique n'est pas négligeable (polymères), cette hypothèse est plus que discutable.

De plus, on s'assure d'une hauteur de matériau suffisante dans l'entrefer (supérieure à  $4a$ ) pour que la quantité de matériau efface les effets de bords au droit du piston.

#### 3.2 Détermination de $\eta$ par méthodes inverses

La viscosité plastique  $\eta$  est déterminée par méthode inverse. L'écoulement d'un matériau de Bingham est modélisé dans l'entrefer et l'effort de pénétration peut être déterminé pour toutes valeurs de  $\tau_0$  et de  $\eta$ . Finalement,  $\eta$  est identifié en ajustant les courbes de modélisation sur les courbes expérimentales.

L'écoulement présente trois zones distinctes, délimitées par deux rayons critiques,  $r_1$  et  $r_2$  ( $r_1 < r_2$ ): deux zones cisaillées au niveau des parois et une zone centrale, où le taux de déformation est nul (Fig. 5).

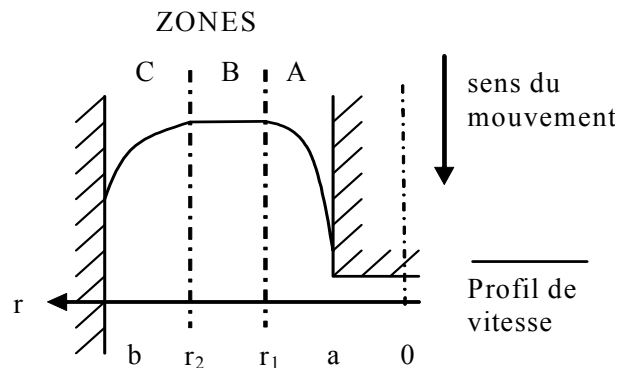


Figure 5. Schématisation de l'écoulement et identification des zones d'écoulement

- Zone A : entre  $r = a$  et  $r = r_1$ , le matériau est cisaillé (zone où le cisaillement est le plus important comme le montre l'équation (2)). Si le seuil d'écoulement est atteint, le profil des contraintes peut être obtenu selon la loi de Bingham. Dans cette zone, les vitesses sont notées  $V_1(r)$  et les contraintes de cisaillement  $\tau_1(r)$ .

$$\tau_1(r) = \tau_0 + \eta \frac{\partial V_1(r)}{\partial r} \quad (7)$$

- Zone B : entre  $r = r_1$  et  $r = r_2$ , le seuil d'écoulement n'est pas atteint et le matériau s'écoule sans cisaillement (zone d'écoulement bouchon). La vitesse est constante dans la zone B.

- Zone C : entre  $r = r_2$  et  $b$ , le matériau est potentiellement cisailé en raison du frottement pariétal. Le seuil d'écoulement est atteint, le profil des contraintes peut être obtenu selon la loi de Bingham. Dans cette zone, les vitesses sont notées  $V_3(r)$  et les contraintes de cisaillement  $\tau_3(r)$ .

$$\tau_3(r) = -\tau_0 + \eta \frac{\partial V_3(r)}{\partial r} \quad (8)$$

L'équation (2) reste toujours valide et permet d'obtenir le profil des contraintes dans l'entrefer (Fig. 6).

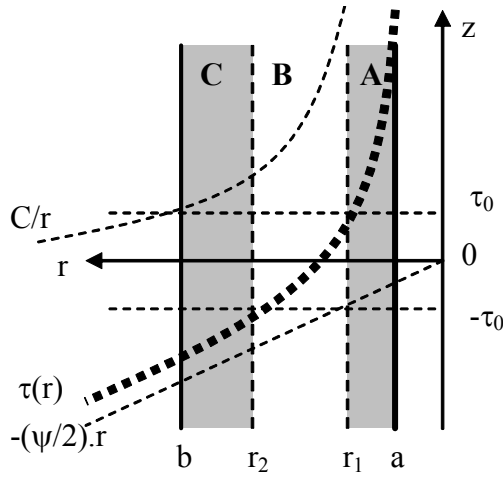


Figure 6. Profil des contraintes dans l'entrefer – cas d'un cisaillement au droit des parois du cylindre extérieur et du cylindre intérieur

La résolution du système différentiel défini par l'équation (2) permet, en intégrant le comportement du fluide (loi de Bingham), de construire le profil des vitesses dans l'entrefer. Le modèle tribologique est utilisé pour définir les conditions aux interfaces paroi du cylindre extérieur/matériau et paroi du mobile/matériau. Ceci permet de calculer les constantes d'intégration du profil des vitesses.

$$V_1(r) = \frac{\psi(a^2 - r^2)}{4\eta} + \frac{C}{\eta} \ln\left(\frac{r}{a}\right) + \frac{\tau_0(a-r)}{\eta} - U - \frac{\psi a}{2\beta} + \frac{C}{a\beta} \quad \text{si } r < r_1 \quad (9)$$

$$V_2 = V_1(r_1) = V_3(r_2) \quad \text{si } r_1 < r < r_2 \quad (10)$$

$$V_3(r) = \frac{\psi(b^2 - r^2)}{4\eta} + \frac{C}{\eta} \ln\left(\frac{r}{b}\right) + \frac{\tau_0(r-b)}{\eta} + \frac{\psi b}{2\beta} - \frac{C}{b\beta} \quad \text{si } r > r_2 \quad (11)$$

Pour l'analyse inverse des données de l'essai (enregistrement de l'effort de pénétration  $F$  et de la hauteur immergée  $L$  du cylindre), il est indispensable de trouver un moyen de lier les paramètres de modélisation du comportement rhéologique ( $\eta$ ,  $\tau_0$  et  $\beta$ ) à la pente de la courbe d'effort  $F = f(L)$  et donc au paramètre  $C$  par l'intermédiaire de l'équation (4).

Nous avons quatre inconnues qui décrivent directement la typologie de l'écoulement dans l'entrefer :  $r_1$ ,  $r_2$ ,  $\psi$  et  $C$ . Nous devons donc trouver quatre équations indépendantes qui décrivent l'équilibre et la continuité de l'écoulement. Les équations suivantes ((12) à (15)) constituent ce système d'équations qui permet d'exprimer le paramètre  $C$  (évalué expérimentalement par ailleurs) en fonction des paramètres de modélisation du comportement du fluide  $\eta$ ,  $\tau_0$  et  $\beta$ .

- Seuil d'écoulement atteint en  $r = r_1$  :

$$r_1 = \frac{\tau_0 - \sqrt{\tau_0^2 + 2\psi C}}{-\psi} \quad (12)$$

- Seuil d'écoulement atteint en  $r = r_2$  :

$$r_2 = \frac{\tau_0 + \sqrt{\tau_0^2 + 2\psi C}}{\psi} \quad (13)$$

- Conservation de la masse :

$$\psi \left[ \frac{1}{2\beta} (a^3 + b^3) + \frac{1}{8\eta} (r_1^4 - a^4 - r_2^4 + b^4) \right] - \frac{\tau_0}{3\eta} (b^3 + a^3 - r_1^3 - r_2^3) \quad (14)$$

$$= C \left[ \frac{1}{\beta} (a + b) + \frac{1}{2\eta} (r_1^2 - a^2 - r_2^2 + b^2) \right]$$

- Continuité du profil de vitesses :

$$\begin{aligned} & \psi \left[ -\frac{1}{2\beta} (a + b) + \frac{1}{4\eta} (-r_1^2 + a^2 + r_2^2 - b^2) \right] \\ &= U + C \left[ -\frac{1}{\beta} \left( \frac{1}{a} + \frac{1}{b} \right) + \frac{1}{\eta} \ln\left(\frac{ar_2}{r_1 b}\right) \right] \\ &+ \frac{\tau_0}{\eta} (r_1 + r_2 - a - b) \end{aligned} \quad (15)$$

La résolution de ce système de quatre équations à quatre inconnues (malheureusement non-linéaire) permet la détermination complète des champs de contraintes et de vitesses, ainsi que de l'effort de compression  $F$  pour un matériau de comportement donné (triplet  $\eta$ ,  $\tau_0$  et  $\beta$ ). Ce modèle analytique est

utilisé dans la méthode inverse pour identifier les valeurs de  $\eta$ ,  $\tau_0$  et  $\beta$  en ajustant leurs valeurs pour trouver des valeurs de  $C$  conformes aux résultats expérimentaux.

### 3.3 Tracé de la courbe d'écoulement équivalente

Afin de pouvoir généraliser le test de back-extrusion à tous types de matériaux viscoplastiques, il convient de construire une méthode permettant de tracer une courbe d'écoulement pouvant retraduire tous les types de comportements viscoplastiques possibles.

La méthode inverse proposée consiste, dans un premier temps, à déterminer le triplet ( $\eta$ ,  $\tau_0$ ,  $\beta$ ) caractéristique des conditions d'essai fixées. Dans le cas général, pour des fluides complexes, un changement de géométrie engendre un changement des champs de taux de déformation moyens. Ceux-ci conduisent à la modification des valeurs estimées des paramètres du triplet. Afin de rendre compte des possibles effets de rhéo-fluidification ou de rhéo-épaississement, il convient de calculer un taux de déformation moyen représentatif du champ de cisaillement au sein de l'écoulement. Un tel paramètre, associé aux valeurs estimées des paramètres de modélisation du comportement rhéologique, permet d'envisager le tracé point par point d'un rhéogramme équivalent associé au fluide testé.

Nous choisissons de calculer un taux de cisaillement moyen à partir de l'équation retraduisant l'équilibre des dissipations internes d'énergie. Ce calcul prend en compte l'énergie dissipée par frottement aux frontières entre les parois et le matériau.

Germain [10] montre que, pour un fluide dissipatif non compressible, si l'on néglige les effets de dilatance et d'élasticité, le comportement peut être exprimé à partir d'un potentiel de dissipation  $\Gamma$  tel que :

$$\sigma_{ij}^{(d)} D_{ij} = 2I_2 \frac{\partial \Gamma}{\partial I_2} \quad (16)$$

Dans ces expressions,  $\sigma_{ij}^{(d)}$  est le tenseur des contraintes déviatoriques,  $D_{ij} = 0,5 (V_{i,j} + V_{j,i})$  le tenseur des taux de déformation et  $I_2 = 0,5 (D_{ij} \cdot D_{ij})$  le deuxième invariant du tenseur des taux de déformation.

Nous pouvons alors écrire le taux de dissipation d'énergie associé aux zones en écoulement comme une fonction du potentiel de dissipation  $D_e$  :

$$D_e = \int_V \sigma_{ij}^{(d)} D_{ij} dV = \int_V 2I_2 \frac{\partial \Gamma}{\partial I_2} dV \quad (17)$$

L'utilisation du théorème de la moyenne introduit une valeur  $\bar{I}_2$  définie par :

$$D_e = 2 \left( \frac{\partial \Gamma}{\partial \sqrt{I_2}} \right)_{\sqrt{I_2} = \sqrt{\bar{I}_2}} \sqrt{\bar{I}_2} V \quad (18)$$

On définit alors la racine carrée de  $\bar{I}_2$  comme étant le taux de déformation moyen de l'écoulement initialement non homogène, avec :

$$\sqrt{I_2}(r) = \dot{\gamma}(r) = \frac{\partial V_z(r)}{\partial r} \quad (19)$$

Le calcul du taux de déformation moyen consiste à calculer  $\sqrt{I_2}$ . On note ultérieurement  $\sqrt{I_2}$  sous la forme traditionnelle  $\dot{\gamma}$ . Il convient d'adapter le calcul au cas d'un comportement de type Bingham et en considérant la possibilité d'un glissement avec frottement aux parois des cylindres intérieur et extérieur.

Le calcul de  $\dot{\gamma}$  est réalisé en utilisant l'équation de conservation de l'énergie :

$$D_e = F U - \int_S V_g \tau_p dS \quad (20)$$

Pour un matériau dont le comportement est de type Bingham, l'équation peut s'écrire comme suit, en égalisant l'énergie globale dissipée et l'énergie de dissipation interne du matériau :

$$2(2\eta \dot{\gamma}^2 + \tau_0 \dot{\gamma}) V = F U - \int_S V_g \tau_p dS \quad (21)$$

où  $V$  est le volume cisailé du matériau testé et  $S$  est la surface de contact entre le matériau testé et l'appareillage. L'égalité énergétique est écrite à deux instants distincts de l'écoulement. Finalement, la recombinaison de ces deux égalités donne :

$$2\eta \dot{\gamma}^2 + \tau_0 \dot{\gamma} - \frac{U C + \beta (a V_g (a)^2 + b V_g (b)^2)}{b^2 - r_2^2 + r_1^2 - a^2} = 0 \quad (22)$$

Le calcul de  $\dot{\gamma}$  consiste à identifier la racine physiquement acceptable du polynôme du second degré défini par l'équation (22). Dès lors que la valeur de  $\dot{\gamma}$  est calculée et que les valeurs de  $\eta$  et  $\tau_0$  sont connues pour une configuration d'essai, la construction d'un point du rhéogramme est alors possible. Le taux de cisaillement équivalent calculé est utilisé en abscisse et les valeurs de  $\eta$  et  $\tau_0$

permettent le calcul, à partir de l'équation (23), d'une contrainte équivalente en ordonnée (Fig. 7) :

$$\tau = \tau_0 + \eta \dot{\gamma} \quad (23)$$

Le protocole est répété pour chaque essai, ce qui permet d'identifier différents points de la courbe d'écoulement.

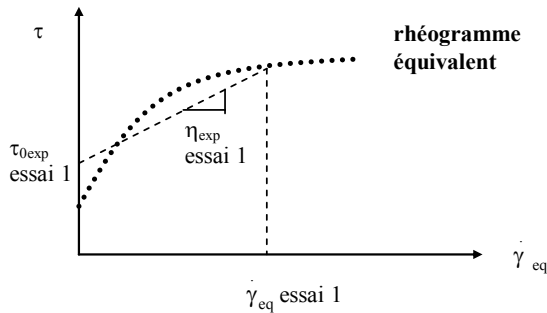


Figure 7. Construction du pseudo-rhéogramme

### 3.4 Utilisation des courbes expérimentales d'effort $F = f(L)$

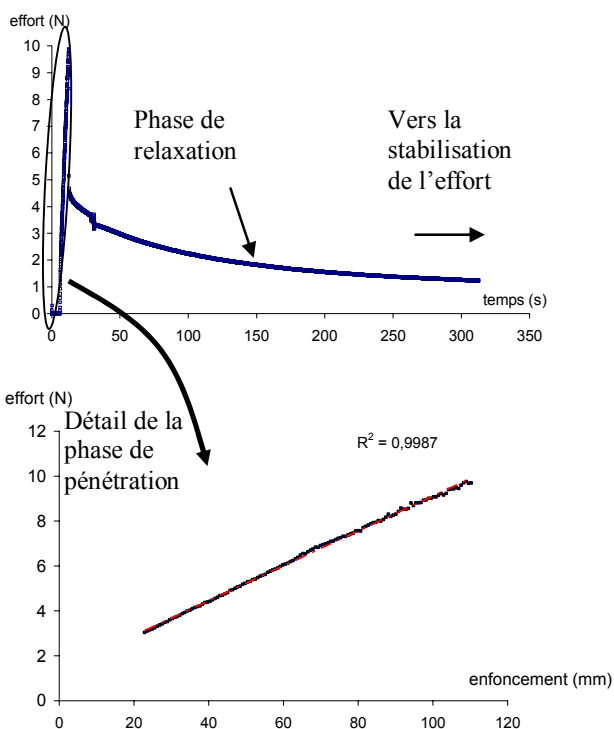


Figure 8. Enregistrement de l'effort au cours du temps et mise en évidence de l'évolution linéaire de l'effort avec la pénétration du cylindre intérieur (essai effectué sur mélange huile-sucre)

La détermination du seuil de cisaillement est effectuée après une période de relaxation suffisamment longue pour que la variation de la force agissant sur le cylindre intérieur pendant trente secondes soit inférieure à 1 %. La détermination inverse de  $\eta$  se fait sur la partie de la courbe où  $F$  évolue linéairement avec  $L$  (Fig. 8).

## 4. Etude du comportement tribologique

L'étude tribologique est effectuée en réalisant des essais avec des surfaces rectifiées. Aucune adhérence artificielle n'est alors créée et un régime de glissements avec frottement peut apparaître à la paroi.

### 4.1 Cas de l'écoulement bouchon (cas (a))

L'écoulement bouchon permet uniquement la caractérisation du comportement tribologique. En combinant les équations de conservation du débit et de continuité des vitesses, le coefficient de frottement  $\beta$  peut être exprimé en fonction de la pente du graphe  $F(L)$  :

$$\beta = \left( \frac{1}{\pi} \frac{\partial F}{\partial L} \right) \left( \frac{(b-a)(b^2-a^2)}{2Uab(a^2-ab+b^2)} \right) \quad (24)$$

L'écoulement bouchon, obtenu dans des conditions spécifiques (géométrie large et vitesse d'essai lente), permet d'étudier directement le comportement tribologique du matériau. Une loi tribologique peut être déduite en réalisant plusieurs essais à différentes valeurs de vitesse de pénétration.

L'identification de la loi de frottement du matériau testé repose sur le tracé de la courbe contrainte de cisaillement à la paroi (donnée par l'équation (5)) en fonction d'une vitesse de frottement moyenne à l'essai (moyenne arithmétique de  $V_g(a)$  et  $V_g(b)$ ) et avec  $\tau = \beta (V_g(a) + V_g(b))/2$ . Chaque essai fournit un point de la loi de comportement tribologique.

### 4.2 Détermination du comportement à la paroi lors d'essais cisailés

Les essais sont réalisés sur parois rectifiées. La courbe d'écoulement a été préalablement étudiée à l'aide des essais sur parois striées (écoulement adhérent) et les valeurs de  $\tau_0$  et  $\eta$  sont connues pour toutes valeurs de taux de cisaillement moyen.  $\tau_0$  et  $\eta$  sont introduits pour la détermination de  $\beta$ .

La détermination inverse de  $\beta$  est réalisée de la même manière que le paramètre  $\eta$ , en trouvant la valeur du paramètre qui permet d'ajuster au mieux le modèle aux courbes expérimentales. Un ajustement reposant sur la méthode des moindres carrés est utilisé. Les différentes valeurs de  $\beta$  obtenues dans différentes conditions d'essais permettent d'identifier point par point une forme de loi tribologique, qui décrit mieux le comportement du fluide aux interfaces.

## 5. Exemple de résultats expérimentaux

### 5.1 Moyens expérimentaux

La totalité des essais ont été réalisés au moyen d'une presse uniaxiale d'une capacité de 20 kN. Dans cette configuration, le cylindre intérieur est fixe et raccordé à un capteur de force. Le cylindre extérieur est mobile. Le mode de déplacement de la partie mobile de la presse est hydro-mécanique. Un moteur pas à pas assure la mise en mouvement. Le contrôle de la vitesse est réalisé par variation potentiométrique. Un capteur LVDT permet de suivre la course de la partie mobile au cours du temps. Chaque capteur est relié à un boîtier d'alimentation et d'amplification et le signal de sortie est conditionné dans l'intervalle 0-10 V. Ces signaux sont enregistrés au moyen d'une centrale d'acquisition de données Schlumberger SI 3535 F. Ce système est pourvu d'un recalage périodique du voltmètre, d'une horloge indépendante, et garantit la précision de mesure pour des phénomènes lents. Par ailleurs, avant de réaliser les essais, les propriétés de déformation de la presse à chargement imposé sont identifiées. La fréquence d'échantillonnage est de 10 Hz. On admet, dans le cadre de ce travail, que le critère de Shannon est respecté.

Les essais sont effectués avec deux pénétromètres dont la rugosité de paroi diffère (parois métalliques lisses et striées, avec pas et profondeur de stries de 1 mm). Le diamètre du cylindre intérieur est de 17,5 mm et celui du cylindre extérieur est de 27,5 mm.

Les matériaux testés sont :

- un mélange d'huile de tournesol et de sucre dont les grains présentent un diamètre moyen de 20  $\mu\text{m}$  et maximum de 85  $\mu\text{m}$  (composition pondérale 50-50 %). Cette suspension n'est pas soumise au phénomène de ségrégation pour les temps de manipulation mis en jeux (de l'ordre de grandeur de l'heure) [11].

- une plasticine (mélange de cire microcristalline et d'amidon).

### 5.2 Etude d'un fluide complexe quelconque : mélange huile/sucre

Trois couples d'essais sont réalisés à différentes vitesses (Fig. 9). Un couple d'essais comprend :

- un essai réalisé avec des parois striées;
- le même essai réalisé en changeant la rugosité des surfaces, en utilisant une paroi rectifiée, toutes choses restant égales par ailleurs.

Trois vitesses de pénétration du cylindre intérieur, couvrant la plage de vitesses possibles de notre

équipement, sont utilisées. Pour chaque couple d'essais, les données expérimentales sont analysées en utilisant la méthode inverse décrite au paragraphe 2.6. Dans le but d'observer l'influence du glissement à la surface, les deux rhéogrammes équivalents obtenus en imposant une hypothèse d'adhérence à la surface, quel que soit le type de paroi utilisée (striée et rectifiée) sont comparés (Fig. 9). Deux observations montrent que le glissement du matériau à la paroi ne peut pas être négligé :

- les deux rhéogrammes équivalents ne sont pas superposables;
- les courbes de pénétration  $F = f(L)$  sont influencées par la rugosité des parois de l'appareillage utilisé.

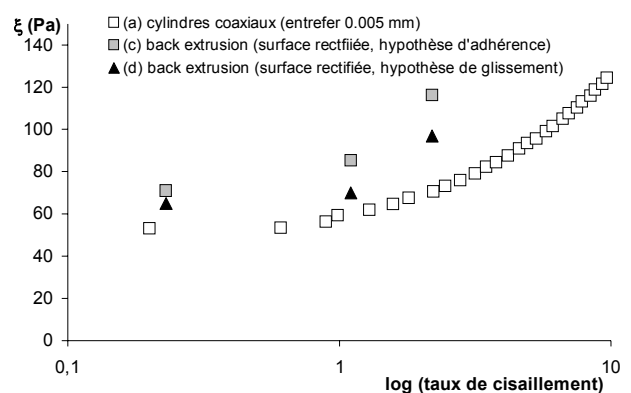


Fig. 9 : comparaison de rhéogrammes obtenus pour le mélange huile /sucre : (a) par cylindres coaxiaux, (d) par back-extrusion parois striées, (c) back-extrusion parois lisses, dépouillée en faisant l'hypothèse d'un champ de vitesse adhérent

Les rhéogrammes obtenus sont tracés et comparés avec un rhéogramme obtenu au moyen d'un rhéomètre à géométrie de Couette dont les parois sont striées pour réduire les effets de glissement (Fig. 9).

La confrontation des résultats obtenus à partir de back-extrusion (essai sur paroi striée) avec un rhéomètre traditionnel est très satisfaisante. En effet, le rhéogramme obtenu en utilisant les parois striées (écoulement adhérent) suit celui obtenu avec la géométrie de Couette. On note que, dans les deux types d'essais (Couette et back-extrusion), l'utilisation d'une paroi striée permet la minimisation des effets indésirables de glissement du matériau à la paroi.

Au contraire, comme rien ne s'oppose au glissement du matériau avec l'utilisation de surfaces lisses, les essais réalisés avec des surfaces rectifiées permettent d'étudier le comportement tribologique de la pâte. A ce stade, on peut injecter le comportement rhéologique obtenu par essais sur surfaces striées



dans l'interprétation des essais sur surfaces rectifiées pour étudier le comportement tribologique. La méthode définie au paragraphe 4.2 est appliquée et l'on trace la courbe qui lie la vitesse moyenne de glissement à la contrainte de friction appliquée à la paroi. Une loi tribologique linéaire est alors mise en évidence (Fig. 10).

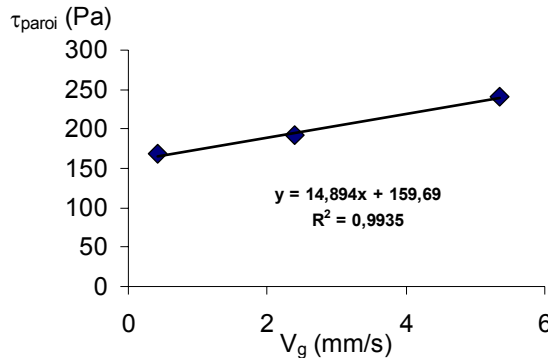


Figure 10. Loi tribologique mise en évidence pour le mélange huile/sucre

#### 4.3 Mise en évidence de la loi tribologique de la plasticine

Un matériau ferme essentiellement plastique est étudié dans le but de déterminer le seuil de plasticité et le comportement tribologique. Dans un premier temps, trois essais sur parois lisses sont réalisés. Dans ces conditions (vitesse de pénétration du cylindre intérieur de 0,1, 0,5 et 1 mm/s), le matériau n'est pas cisailé et l'écoulement est de type bouchon. L'équation (27) permet de calculer le coefficient  $\beta$  pour une vitesse de glissement donnée (la vitesse de glissement moyenne est retenue comme référence). Selon la méthode décrite précédemment, les valeurs du paramètre  $\beta$  permettent de déterminer une nouvelle loi tribologique qui décrit mieux le comportement du matériau. Cette loi est réinjectée dans le modèle analytique (champs de vitesse et contraintes) et des valeurs nouvelles des contraintes et vitesses aux parois sont calculées. Les valeurs de contraintes aux parois sont initialement obtenues en multipliant le coefficient  $\beta$  à la vitesse de glissement au droit de la paroi considérée. Après deux itérations, les résultats mettent en évidence une loi de frottement de type seuil (Fig. 11) avec une contrainte pariétale de 25 kPa, dans l'intervalle des vitesses de glissement testées (1,7, 0,85 et 0,17 mm/s).

Ce résultat est confirmé par ceux obtenus avec un scissomètre modifié. L'outil utilisé est un cylindre plein, immergé dans la plasticine. Après avoir vérifié que le matériau n'est pas cisailé, l'effort de frottement du cylindre plein, tournant à vitesse constante dans le matériau, est calculé à partir de la

mesure du couple nécessaire à la rotation du cylindre.

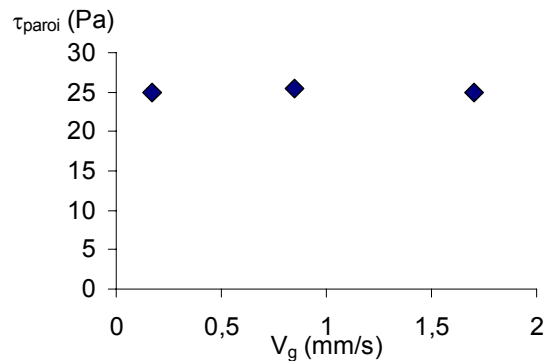


Figure 11. Courbe tribologique mise en évidence pour la plasticine – évolution de type seuil

On émet l'hypothèse d'une homogénéité de la contrainte sur la surface du cylindre tournant. La valeur de frottement calculée est de 27 kPa, ce qui corrobore la valeur mesurée par back-extrusion.

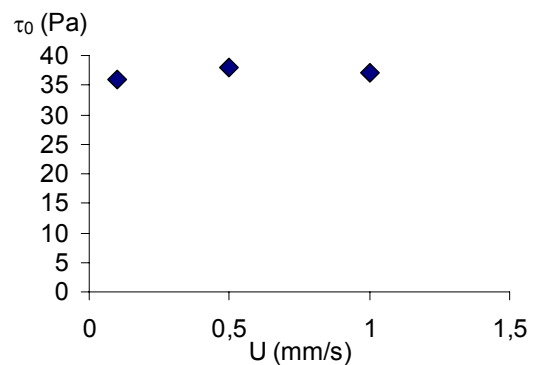


Figure 12. Evolution du seuil de cisaillement  $\tau_0$  en fonction de la vitesse de pénétration pour la plasticine

Les trois essais de back-extrusion réalisés avec des parois striées permettent de cisailier le matériau et de déterminer par relaxation le seuil de plasticité du matériau. Les vitesses utilisées sont les mêmes que pour les essais lisses. La valeur de seuil déterminée, indépendante de la vitesse de l'essai, est de 37 kPa (Fig.12). Ce résultat est comparable à celui obtenu au scissomètre donnant une valeur moyenne de 42 kPa.

Les tests menés sur la plasticine mettent en évidence la polyvalence de la géométrie back-extrusion et sa facilité d'emploi lorsque l'objet de l'étude expérimentale est bien ciblé.

## 5. Conclusion

Le rhéomètre de type back-extrusion développé au cours de cette étude a permis de caractériser le comportement rhéologique et tribologique de matériaux viscoplastiques complexes. Les tests sur

le mélange huile/sucre et sur la plasticine mettent en évidence la polyvalence de cette géométrie et son utilisation comme rhéomètre et/ou tribomètre. La back-extrusion paraît donc être une technique facile et rapide pour la détermination du comportement rhéologique et tribologique des matériaux à seuil. Le rhéogramme obtenu pour le mélange huile/sucre est en concordance acceptable avec celui obtenu avec un rhéomètre équipé d'une géométrie de Couette. L'essai de back-extrusion a aussi montré son aptitude à déterminer le seuil d'écoulement et le seuil de friction d'un matériau plastique.

La capacité du test de back-extrusion à fonctionner comme un tribomètre quand l'écoulement est de type bouchon est intéressante et facile d'exploitation. Le couplage d'essais avec parois striées (écoulement adhérent) et d'essais avec parois rectifiées (écoulement glissant) permet aussi l'étude tribologique, notamment de matériaux présentant un seuil faible, pour lesquels la génération d'écoulements bouchons est complexe. La précision de la méthode inverse proposée est satisfaisante car elle se base sur un processus itératif assurant le meilleur ajustement entre les données expérimentales et les différents paramètres du modèle.

L'automatisation du traitement des tests et l'application de la méthode inverse restent à optimiser de façon à rendre plus rapide et pratique l'utilisation de la back-extrusion. Actuellement, les différentes étapes de calcul sont effectuées "manuellement". Le recours à la programmation d'un algorithme de calcul, allant vers une automatisation du traitement des résultats des tests de back-extrusion, s'impose.

## 6. Bibliographie

- [1] Lee, S.Y. Relating descriptive analysis and instrumental texture data of processed diced tomatoes, *Food Qualit. Pref.*, 10, 447-455 (1999).
- [2] Brusewitz, G.H., Yu, H. Back extrusion method for determining properties of mustard slurry, *J. Food Sci. Tech.*, 27, 259-265 (1996).
- [3] Osorio, F.A., Steffe J.F. Evaluating H-B fluids with the back extrusion technique, *Rheol. Acta*, 23, 213-220 (1997).
- [4] Gurjal, H.S., Sodhi N.S. Back extrusion of wheat porridge, *J. Food Eng.*, 52, 53-56 (2002).
- [5] Picart, D. A penetrometer for Newtonian and viscoplastic fluids, *Instr. Sc. Techn.*, 29, 169-184 (2001).
- [6] Bikerman J.J., A penetrometer for very viscous liquids, *J. Colloid Sci.*, 3, 75-85 (1947).
- [7] Hu, C. The rheology of fresh high-performance concrete. *Cement Concr. Res.*, 26, 283-294 (1996).
- [8] Estellé, P., Lanos, C., Toutou, Z., Servais, C., Squeeze flow of sticking viscoplastic fluids: Direct identification of behavior parameters by an equivalent flow curve, 16<sup>th</sup> International Congress on Rheology, Seoul (2004).
- [9] Roussel, N., Lanos, C., Plastic fluid flow parameters identification using a simple squeezing test, *Applied Rheol.*, 13, 132-131 (2003).
- [10] Germain P., *Mécanique*, tome II, Ellipses, 1986.
- [11] Babin H., Dickinson E., Chisholm H., Beckett S., Interactions in dispersions of sugar particles in food oils: influence of emulsifier, *Food Hydrocol.*, 19, 513-520 (2005)

## [Abridged English version]

A new method is developed to determine the rheological and tribological behaviour of viscoplastic pastes using back-extrusion tests. The force-penetration depth curve noted  $F = f(L)$  is recorded and plotted during the steady-state flow of the paste. When steady-state flow is reached, the shear rate profile in the gap remains constant and an apparent shear rate is integrated all over the gap. At this calculated shear rate, the fluid is modelled by a Bingham fluid with Navier's wall boundary conditions. The behaviour modelling parameters are deduced using an inverse method which consists in finding the modelling parameters that give a theoretical  $F = f(L)$  fitting at best the response of the experimental tests. In order to study more complex viscoplastic fluids than Bingham's ones, principles of construction of an equivalent rheogram and tribological curves are developed. According to the tests conditions (ram speed, gap geometry, surface roughness...), the flow of the tested material can differ: the material can slip on the wall's gap without shearing or can be submitted to shearing due to friction on the walls. The method is applied to an oil/sugar mix and on plasticine. Rheological and tribological behaviour are identified and compared to those obtained with classical rheometry.